

## PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP UKURAN KRISTAL DAN KOMPOSISI FASA PADA SENYAWA $\text{TiO}_2$

### THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE ON CRYSTAL SIZE AND PHASE COMPOSITION OF $\text{TiO}_2$ COMPOUNDS

**Amos Tigor Tobing dan Dina Kartika Maharani\***

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Universitas Negeri Surabaya

Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

\*Corresponding author, email: [dinakartika@unesa.ac.id](mailto:dinakartika@unesa.ac.id)

**Abstrak.**  $\text{TiO}_2$  atau yang biasa disebut dengan Titanium dioksida merupakan logam transisi yang bersifat semikonduktor. Logam ini secara komersial berbentuk serbuk putih. Bahan ini sering digunakan dalam penelitian pengembangan efek fotokatalis pada suatu material.  $\text{TiO}_2$  digunakan pada cat sebagai senyawa yang memunculkan sifat self cleaning. Sifat ini adalah sifat suatu material untuk membersihkan dirinya sendiri dari zat pengotor. Self cleaning bekerja dengan bantuan efek fotokatalis. Efek fotokatalis adalah efek yang bekerja dengan bantuan energi foton, sehingga material semikonduktor dapat digunakan dalam sifat tersebut. Hal ini dikarenakan Titanium dioksida merupakan suatu senyawa semikonduktor yang memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV untuk fase anastase, dan untuk fase rutil sebesar 3,0 eV. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adanya pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik senyawa  $\text{TiO}_2$ . Pada penelitian ini Titanium (IV) isopropoksida (TTiP) merupakan prekursor untuk sintesis  $\text{TiO}_2$ , dan metode yang digunakan adalah metode sol-gel. Setelah dilakukan sintesis senyawa  $\text{TiO}_2$ , setelah itu  $\text{TiO}_2$  dikalsinasi pada suhu 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C. Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah menggunakan spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR) yang berfungsi untuk mengetahui gugus fungsional yang terbentuk dan spektrofotometer X-Ray Diffraction (XRD) yang berfungsi untuk mengetahui komposisi fasa pada senyawa  $\text{TiO}_2$ . Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapatkan gugus fungsional -OH, Ti-O, dan Ti-O-Ti. Hal ini menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  berhasil terbentuk melalui metode sol-gel. Pada analisis fasa didapatkan hasil bahwa  $\text{TiO}_2$  terdapat pada fasa anastase. Hal ini menunjukkan  $\text{TiO}_2$  dapat berfungsi dengan baik apabila diaplikasikan untuk fotokatalis.

**Kata kunci:** Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), Suhu Kalsinasi, fotokatalis, Self cleaning

**Abstract.**  $\text{TiO}_2$  or commonly called Titanium dioxide is a semiconductor transition metal. This metal is commercially shaped white powder. This material is often used in research into the development of photocatalysts effects in material.  $\text{TiO}_2$  is used in paints as compounds that give rise to self-cleaning properties. This property is the nature of a material to clean itself from impurities. Self cleaning works with the help of the photocatalyst effect, which is where with the help of photon energy. Therefore semiconductor material can be used in these properties. This is because Titanium dioxide is a semiconductor compound which has a band gap energy of 3.2 eV for the anastase phase, and for the rutile phase of 3.0 eV. This study aims to determine the effect of calcination temperature on the characteristics of  $\text{TiO}_2$  compounds. In this research, TTiP is a precursor of  $\text{TiO}_2$  synthesis, and the method used is the sol-gel method. After synthesis,  $\text{TiO}_2$  is calcined at 400°C, 450°C, 500°C, and 550°C. The characterization carried out in this research is to use the Fourier Transform Infra Red (FTIR) instrument that functions to determine the functional groups formed and the X-Ray Diffraction (XRD) instrument which functions to determine the phase composition of the compound. From the research that has been carried out obtained functional groups -OH, Ti-O, and Ti-O-Ti. This shows that  $\text{TiO}_2$  was successfully formed through the sol-gel method. In the phase analysis, the results showed that  $\text{TiO}_2$  is in the anastase phase. This shows that  $\text{TiO}_2$  can function well when applied to photocatalysts

**Keywords:** Titanium Dioxide ( $\text{TiO}_2$ ), Calcination Temperature, photocatalysts, Self cleaning

## PENDAHULUAN

Ti merupakan suatu unsur yang berbentuk logam. Logam ini memiliki sifat kimia yang dapat larut oleh asam pekat dan tidak dapat larut di dalam air. Secara komersil berbentuk serbuk putih. Salah satu senyawa yang dapat dihasilkan dari logam ini adalah senyawa  $\text{TiO}_2$ .  $\text{TiO}_2$  (Titanium dioksida) merupakan senyawa yang bersifat semikonduktor. Bahan ini sering digunakan dalam penelitian pengembangan efek fotokatalis pada suatu material. Efek fotokatalis adalah efek yang bekerja pada proses kimia dengan adanya bantuan cahaya dan mengakibatkan peningkatan pada kecepatan reaksi karena adanya katalis yang mengabsorpsi energi sinar ultraviolet. Salah satu contoh pemanfaatan  $\text{TiO}_2$  yaitu pada bahan pembuatan cat. Penggunaan senyawa ini pada cat untuk memunculkan sifat *self cleaning*. Sifat ini adalah sifat suatu material untuk membersihkan dirinya sendiri dari zat pengotor. *Self cleaning* bekerja dengan bantuan efek fotokatalis. Maka dari itu material semikonduktor dapat digunakan dalam sifat tersebut. Hal ini dikarenakan Titanium dioksida merupakan suatu senyawa semikonduktor yang memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV untuk fase anatase, dan untuk fase rutil sebesar 3,0 eV. [1]

Dalam studi yang sudah ada, material  $\text{TiO}_2$  khususnya pada fase anatase, telah dipelajari secara ekstensif untuk aplikasi material fotokatalitik. Hal ini dikarenakan sifat fotokataliknya yang tinggi, stabilitas kimia yang sangat baik, biaya dalam pembuatannya rendah serta ketersediaan material yang sangat banyak dipasaran. Menurut Suelen *et al.*, (2016) cat yang dapat mendegradasi partikel berupa noda atau kotoran sendiri (*self-cleaning*) mampu menurunkan polutan yang ada pada permukaannya untuk meningkatkan penampilan dan kualitas cat tersebut. Selain terdiri dari komposisi yang umumnya ada pada cat, jenis cat ini juga mengandung partikel fotokatalitik. Zat-zat yang digunakan dalam fotokatalis ini merupakan zat yang memiliki celah pita (*band gap*), sehingga sering disebut sebagai semikonduktor [2] seperti  $\text{TiO}_2$  dalam fase anatase.

Titanium dioksida juga memiliki fase lain, yaitu fase rutil. Fase rutil adalah pigmen yang paling umum digunakan dalam formulasi cat pada zaman modern ini. Fase rutil memiliki kecerahan dan indeks biasnya yang tinggi. Akan tetapi, fase rutil kurang bersifat fotoaktif dibandingkan dengan fase anatase. Hal ini dikarenakan luas permukaan anatase lebih besar dari pada rutil, sehingga sisi aktif anatase lebih besar dibandingkan yang dimiliki rutil. Hal ini menyebabkan sifat fotokatalis lebih tinggi pada fase anatase.

Metode sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang banyak digunakan dalam penelitian adalah metode sol gel. Metode sol gel adalah proses perubahan fasa menjadi sol dan gel. Metode ini juga menghasilkan material yang bersifat nano dan memiliki tingkat kemurnian yang sangat tinggi dibandingkan metode lain. Metode sol gel memiliki 4 tahapan, yaitu tahap hidrolisis, kondensasi, *aging*, dan *drying* [3].

Penelitian terdahulu [4] menyebutkan bahwa metode sol-gel berhasil digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$ . Pada penelitian tersebut digunakan metode sol-gel dan menggunakan suhu kalsinasi pada 600°C. Pada penelitian ini berhasil didapatkan gugus fungsi yang terdapat pada  $\text{TiO}_2$  melalui analisis FTIR. Energi celah pita didapatkan melalui instrumen UV-Vis sebesar 3,3 eV.

Penelitian lain [5] menyebutkan bahwa suhu kalsinasi dapat mempengaruhi ukuran kristal, bentuk kristal dan fasa kristal.  $\text{TiO}_2$  di sintesis menggunakan metode sol gel dan dikalsinasi pada suhu 500°C dan dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  komersil.  $\text{TiO}_2$  tersebut kemudian diaplikasikan ke dalam cat sebagai fungsi *self cleaning*. Hasil penelitian menyebutkan bahwa  $\text{TiO}_2$  terkalsinasi memiliki karakterisasi yang lebih baik daripada  $\text{TiO}_2$  komersil dengan memiliki kristal yang lebih kecil dan memiliki fase anatase.

Penelitian terdahulu juga menyebutkan bahwa ada beberapa hal yang mempengaruhi efek fotokatalis pada  $\text{TiO}_2$ . Salah satunya adalah bentuk kristal. Bentuk kristal  $\text{TiO}_2$  ada tiga, yaitu bentuk kristal anatase, rutil, dan brookit. Fase anatase dapat dibentuk pada suhu kalsinasi

mulai dari 120°C dan akan mencapai bentuk sempurna pada suhu 550°C.

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui efek kalsinasi terhadap karakteristik senyawa TiO<sub>2</sub>. Penelitian ini dilakukan dengan mensintesis TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel, dengan harapan didapatkannya ukuran nano. Kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C. Setelah itu TiO<sub>2</sub> akan dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang terbentuk dan mengetahui fasa kristal, ukuran kristal, dan bentuk kristal.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Titanium (IV) isopropoksida (TTIP, Sigma Aldrich 98%), akuades, etanol (Merck, 99%), dan asam asetat glasial.

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pipet, pipet volume, gelas kimia 50 mL, gelas ukur 10 mL, *hot plate stirrer*, pengaduk magnet, spatula, kaca arloji, neraca analitik, *furnace*, ultrasonikator (Ultrasonic Power 540), *furnance*. Instrumen yang digunakan adalah X-Ray Diffraction (XRD) (Philips tipe X'PERT), dan Fourier Transform Infra Red (FTIR) (Shimadzu 8400).

## PROSEDUR PENELITIAN

### Sintesis TiO<sub>2</sub>

Sintesis TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel diawali dengan 2 mL asam asetat glasial dicampur dengan 5 mL etanol p.a. ke dalam gelas kimia 50 mL. Setelah itu gelas kimia tersebut dimasukan ke dalam ultrasonik selama 15 menit pada suhu 60°C dan ditambahkan Titanium (IV) isopropoksida (TTIP) 3,1 mL tetes demi tetes selagi larutan sedang di dalam ultrasonik. Selanjutnya, larutan didiamkan selama 24 jam sampai menjadi gel. Apabila larutan belum kering sempurna, dapat di oven selama 2 jam pada suhu 100°. Setelah kering gel TiO<sub>2</sub> ditumbuk sampai halus. Setelah itu TiO<sub>2</sub> dikalsinasi pada suhu 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C.

Kemudian TiO<sub>2</sub> terkalsinasi di uji menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD), dan instrumen Fourier Transform Infra Red (FTIR).

### Karakterisasi

XRD merupakan instrumen yang digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan untuk menentukan fase kristal (anastase dan rutil). XRD juga berfungsi untuk mengetahui cacat kristal dari suatu senyawa.. Ukuran kristal dapat dihitung menggunakan rumus rata-rata menurut formula Debye-Scherrer [6] yaitu sebagai berikut.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

Keterangan :

$\lambda$  : Panjang gelombang sinar-X

$\theta$  : Sudut difraksi

K : konstanta yang nilainya tergantung pada faktor bentuk kristal, bidang difraksi

$\beta$  : *Full Widht at Half Maximum* atau *Integral Breadth* dari puncak

untuk perhintugan komposisi fasa dapat menggunakan rumus :

$$W_A = \frac{K_A A_A}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (1)$$

$$W_R = \frac{A_R}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (2)$$

$$W_B = \frac{K_B A_B}{K_A A_A + A_R + K_B A_B} \quad (3)$$

Keterangan :

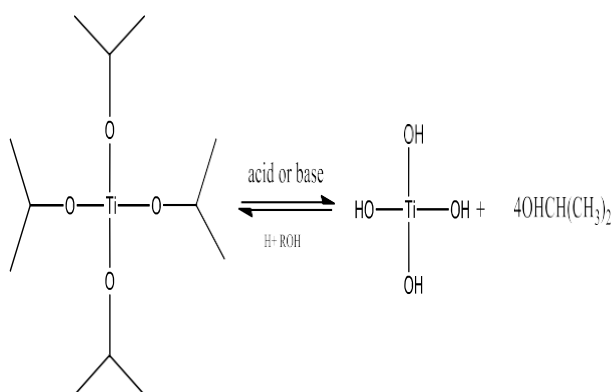
$W_A, W_R, W_B$  : Komposisi fasa anastase, rutil dan Brookite.

$A_A, A_R, A_B$  : Luas daerah integrasi Anastase, Rutil, Brookite

## HASIL DAN PEMBAHASAN

TiO<sub>2</sub> berhasil disintesis dengan metode sol gel. Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini adalah TTIP. Senyawa ini merupakan senyawa alkoksida. TTIP merupakan senyawa yang sangat reaktif. Penelitian ini menggunakan asam asetat glasial (CH<sub>3</sub>COOH) dan etanol sebagai pembentuk senyawa TiO<sub>2</sub> dari prekursor TTIP. Asam asetat glasial pada penelitian ini berfungsi sebagai katalis untuk memprecepat terjadinya reaksi pembentukan TiO<sub>2</sub>. Asam asetat ini juga sebagai pemberi suasana asam dan juga berfungsi untuk mencegah terjadinya proses aglomerasi, sehingga struktur

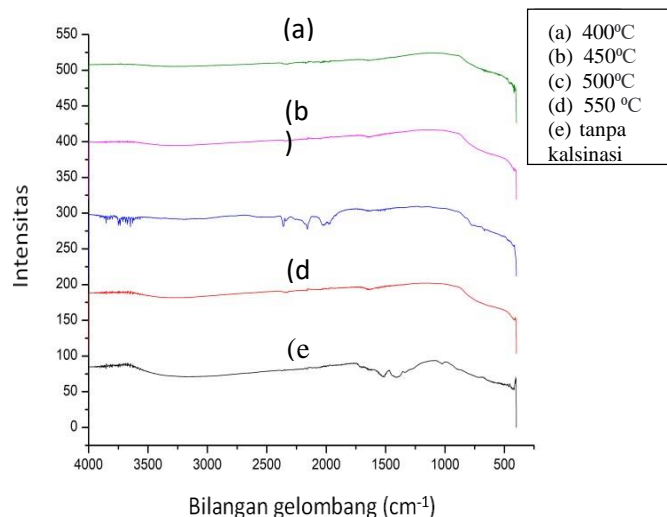
kristal yang dihasilkan lebih stabil [7]. Penambahan etanol dalam penelitian ini berfungsi sebagai pelarut. Penggunaan pelarut etanol digunakan karena TTIP memiliki kelarutan yang kecil terhadap etanol, sehingga padatan oksida akan lambat terbentuk. Pada tahap ini TTIP akan larut dan terhidrolisis. Pada reaksi hidrolisis ini terjadi penggantian gugus alkoksida dengan gugus hidroksil secara nukleofilik. Berikut adalah reaksi yang terjadi.



Setelah itu larutan tersebut diultrasonik dengan tujuan untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil (nano).[8] Tahap selanjutnya adalah sol tersebut didiamkan selama 24 jam dan didapatkan hasil terbentuk serbuk  $\text{TiO}_2$  berwarna putih. Tahap berikutnya sol tersebut dioven selama 2 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . Tujuan dioven selama 2 jam adalah untuk meyerap sisa-sisa kandungan air dalam senyawa  $\text{TiO}_2$ . Pada tahap ini terjadi proses kondensasi, yaitu pematangan sol yang akan membentuk senyawa anorganik yang saling berikatan dalam fasa gel. Setelah itu serbuk  $\text{TiO}_2$  dibagi menjadi empat bagian dan kemudian di kalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ , dan  $550^\circ\text{C}$ .

#### Karakterisasi menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra Red)

FTIR (Fourier Transform Infra Red) digunakan sebagai instrumen untuk menganalisis gugus fungsional yang terdapat di dalam sample. Hasil analisis tersebut dapat digunakan untuk mengetahui terbentuknya senyawa  $\text{TiO}_2$  atau tidak [9]. Berikut adalah hasil analisis FTIR dari senyawa  $\text{TiO}_2$  yang dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ , dan  $550^\circ\text{C}$ .



Gambar 1. Spektra FTIR  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan variasi suhu.

Pada Gambar 1,  $\text{TiO}_2$  tanpa kalsinasi dapat dianalisis bahwa terdapat bilangan gelombang  $3145,41\text{ cm}^{-1}$ ,  $1508,43\text{ cm}^{-1}$ ,  $1408,12\text{ cm}^{-1}$  dan  $408,01\text{ cm}^{-1}$ . Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa vibrasi ikatan O-H terdapat di bilangan gelombang  $3145,41\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan OH *bending* pada ikatan Ti-OH akibat adanya penyerapan air di bilangan gelombang  $1508,43\text{ cm}^{-1}$ ;  $1408,12\text{ cm}^{-1}$  dan ikatan Ti-O berada pada bilangan gelombang  $408,01\text{ cm}^{-1}$ .

Pada suhu kalsinasi  $400^\circ\text{C}$  (Gambar 1) dapat diidentifikasi bahwa terdapat bilangan gelombang  $3246,18\text{ cm}^{-1}$ ,  $2347,23\text{ cm}^{-1}$ ,  $1634,83\text{ cm}^{-1}$ , dan  $414,10\text{ cm}^{-1}$ . Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa vibrasi ikatan O-H terdapat di bilangan gelombang  $3246,18\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan O-H pada  $\text{H}_2\text{O}$  yang teradsorbsi pada bilangan  $2347,23\text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi tekuk gugus O-H akibat adanya penyerapan air di bilangan gelombang  $1634,8\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan Ti-O berada pada bilangan gelombang  $414,10\text{ cm}^{-1}$ .

Pada suhu kalsinasi  $450^\circ\text{C}$  (Gambar 1) didapatkan hasil analisis bilangan gelombang sebesar  $3205,57\text{ cm}^{-1}$ ,  $2360,27\text{ cm}^{-1}$  dan  $1569,39\text{ cm}^{-1}$ . Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa vibrasi ikatan O-H terapat pada bilangan gelombang  $3205,57\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan O-H pada  $\text{H}_2\text{O}$  yang teradsorbsi pada bilangan  $2360,27\text{ cm}^{-1}$ .



Vibrasi tekuk gugus O-H akibat adanya penyerapan air pada bilangan gelombang 1569,39  $\text{cm}^{-1}$ .

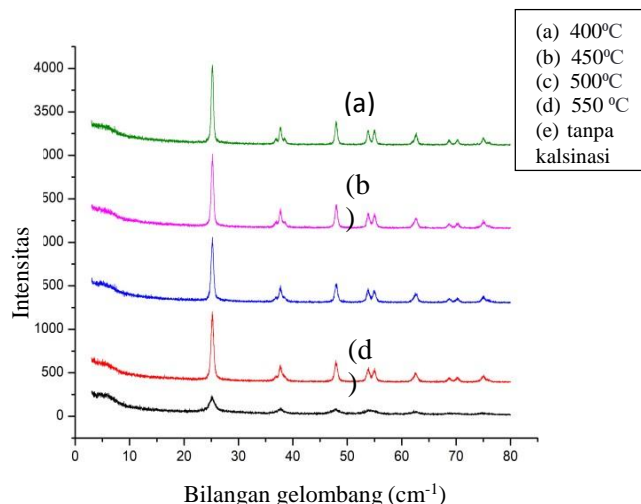
Pada suhu kalsinasi 500°C (Gambar 1) didapatkan hasil bilangan gelombang 3227,73  $\text{cm}^{-1}$ , 2047,01  $\text{cm}^{-1}$ , 1654,00  $\text{cm}^{-1}$ , dan 418,83  $\text{cm}^{-1}$ . Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa terdapat ikatan O-H pada bilangan gelombang 3227,73  $\text{cm}^{-1}$ . Ikatan O-H pada  $\text{H}_2\text{O}$  yang teradsorpsi pada bilangan gelombang 2047,01  $\text{cm}^{-1}$ . Vibrasi tekuk gugus O-H akibat adanya penyerapan air pada bilangan gelombang 1654,00  $\text{cm}^{-1}$ , dan ikatan Ti-O berada pada bilangan gelombang 418,83  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada suhu kalsinasi 550°C (Gambar 1) dapat dianalisis bahwa terdapat bilangan gelombang 3302,23 dan 428,59  $\text{cm}^{-1}$ . Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa terdapat ikatan O-H pada bilangan gelombang 3227,73  $\text{cm}^{-1}$ , dan ikatan Ti-O berada pada bilangan gelombang 418,83  $\text{cm}^{-1}$ .

Dari keempat analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa  $\text{TiO}_2$  terbentuk sempurna pada  $\text{TiO}_2$  suhu kalsinasi 400°C, 450°C dan 500°C. Hal ini sesuai dengan penelitian terdahulu yang menyebutkan bahwa vibrasi ikatan Ti-O terdapat pada bilangan gelombang 400-800  $\text{cm}^{-1}$  [10], vibrasi tekuk gugus O-H bending Ti-OH pada bilangan gelombang 1600  $\text{cm}^{-1}$  [11] ikatan O-H pada  $\text{H}_2\text{O}$  yang teradsorpsi pada bilangan gelombang 2300  $\text{cm}^{-1}$  [12], dan ikatan O-H pada rentang 3000-3700  $\text{cm}^{-1}$  [13]. Pada  $\text{TiO}_2$  suhu kalsinasi 550°C  $\text{TiO}_2$  tidak terbentuk sempurna dikarenakan tercampurnya zat-zat lain pada tahap pencampuran larutan TTIP tetes demi tetes ke dalam campuran etanol dan asam asetat glasial. Hal ini dikarenakan TTIP merupakan prekursor yang sangat reaktif. Hal ini juga dapat disebabkan oleh adanya proses aglomerasi dari senyawa-senyawa pengotor. [14]

### Karakterisasi Menggunakan Diffraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi Sinar-X (XRD) digunakan untuk mengetahui derajat kristalinitas, komposisi fasa, dan ukuran kristal. Berikut adalah data yang dihasilkan oleh XRD.



Gambar 2. Spektra XRD  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan variasi suhu.

Pada  $\text{TiO}_2$  tanpa kalsinasi (Gambar 2) memiliki puncak tertinggi pada nilai sudut 25,11° dengan  $I_R$  100%. data ini memiliki puncak yang nilai sudutnya mendekati data dari JCPDS. Berikut adalah sudutnya : 25,11°; 37,60°; 47,87°; dan 62,70°. Data ini memiliki puncak-puncak yang mirip dengan data JCPDS pada fasa anastase.

Pada suhu kalsinasi 400°C (Gambar 2), puncak tertinggi didapatkan pada sudut 25,23° dengan  $I_R$  100%. data ini memiliki puncak yang nilai sudutnya mendekati data dari JCPDS. Berikut adalah sudutnya : 25,23°; 36,90°; 37,63°; 38,59°; 47,96°; 53,84°; 55,09°; 62,54°; 68,78°; 70,23°; dan 75,01°. Data ini memiliki puncak-puncak yang mirip dengan data JCPDS pada fasa anastase.

Pada suhu kalsinasi 450°C (gambar 2) dapat diidentifikasi puncak tertinggi pada nilai sudut 25,24° dengan  $I_R$  100%. data ini memiliki puncak yang nilai sudutnya mendekati data dari JCPDS. Berikut adalah sudutnya : 25,24°; 36,86°; 37,65°; 47,86°; 53,81°; 54,90°; 62,44°; 62,79°; 68,77°; 70,36°; dan 75,06°. Data ini memiliki puncak-puncak yang mirip dengan data JCPDS pada fasa anastase.

Pada suhu kalsinasi 500°C (gambar 2) memiliki puncak tertinggi pada nilai sudut 25,23° dengan  $I_R$  100%. Data ini memiliki puncak yang

nilai sudutnya mendekati data dari JCPDS. Berikut adalah sudutnya : 25,24°; 36,84°; 37,66°; 38,53°; 48,02°; 53,79°; 55,01°; 62,71°; 68,74°; 70,43°; dan 74,97°. Data ini memiliki puncak-puncak yang mirip dengan data JCPDS pada fasa anastase.

Pada suhu kalsinasi 550°C (gambar 2) dapat diidentifikasi puncak tertinggi pada nilai sudut 25,27° dengan  $I_R$  100%. data ini memiliki puncak yang nilai sudutnya mendekati data dari JCPDS. Berikut adalah sudutnya : 25,27°; 36,86°; 37,81°; 38,50°; 48,02°; 53,91°; 54,91°; 59,70°; 62,69°; 68,74°; dan 70,29°. Data ini memiliki puncak-puncak yang mirip dengan data JCPDS pada fasa anastase.

Kesimpulan yang dapat diambil dari analisis tersebut adalah fasa yang terbentuk pada  $TiO_2$  terkalsinasi pada 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C memiliki fasa anastase. Hal ini dikarenakan suhu kalsinasi akan menginisiasi proses pengkristalan dan pembentukan fasa anastase serta membuat ukuran partikel lebih berukuran lebih kecil [15]. Fasa anastase sangat berguna dalam aplikasi  $TiO_2$  sebagai bahan semikonduktor. Hal ini dikarenakan fasa anastase memiliki luas permukaan dan energi *bandgap* yang lebih besar. Fasa anastase juga memiliki sifat fotokatalitik yang baik dibandingkan dengan fasa rutil atau *brookite* [16].

#### Karakterisasi fasa dan ukuran kristal $TiO_2$ terkalsinasi

Berikut adalah data dari komposisi fasa kristal dan ukuran kristal dari  $TiO_2$  terkalsinasi pada suhu 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C.

Tabel 1. Komposisi fasa dan ukuran Kristal  $TiO_2$  yang dikalsinasi pada suhu 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C.

$TiO_2$	Komposisi fasa (%)			Ukuran kristal (nm)
	Anastase	Rutil	Brookite	
400	58,51	0	41,45	23,17
450	70,21	8,72	21,03	25,52
500	78,05	0	21,94	30,86
550	57,53	0	42,46	35,00

Dari data yang didapatkan berdasarkan hasil perbandingan dengan data JCPDS yang ada. Setelah dilakukan perbandingan, dihasilkan bahwa  $TiO_2$  terkalsinasi lebih banyak berada

pada fasa anastase. Dari data yang didapatkan, dapat dilihat bahwa fasa anastase paling besar terbentuk pada  $TiO_2$  500°C. Hal ini dikarenakan  $TiO_2$  sudah mencapai suhu maksimum untuk memperoleh fasa anastase, sedangkan untuk fasa rutil dihasilkan pada suhu >900°C.

Dari data berupa ukuran kristal dari  $TiO_2$  terkalsinasi didapatkan hasil, semakin besar suhu kalsinasi maka semakin besar ukuran kristal tersebut. hal ini tidak sesuai teori yang menyebutkan bahwa semakin besar suhu kalsinasi maka akan semakin kecil ukuran kristal yang di dapat. Hal ini dikarenakan apabila suhu semakin tinggi, maka atom-atom yang terdapat di dalam senyawa  $TiO_2$  akan berdifusi secara cepat. [17]. Hal ini menyebabkan kristalinitas semakin cepat dan ukuran partikel semakin kecil. Hal ini juga dikarenakan apabila suhu kalsinasi meningkat, maka ikatan antar partikel akan semakin kuat dan ukuran partikel juga semakin kecil, sehingga luas permukaan juga semakin kecil [18].

#### KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1.  $TiO_2$  telah berhasil disintesis menggunakan suhu kalsinasi 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C dengan ukuran kurang dari 50 nm.
2. Pada analisis gugus fungsional menggunakan FTIR terdapat gugus O-H, vibrasi tekuk gugus O-H akibat penyerapan air, Ti-OH saat  $H_2O$  teradsorpsi, dan Ti-O.
3. Ukuran kristal  $TiO_2$  yang disintesis pada suhu kalsinasi 400°C, 450°C, 500°C, dan 550°C adalah 23,17 nm; 25,52 nm; 30,86 nm; dan 35,00 nm.
4. Pada analisis komposisi fasa,  $TiO_2$  pada suhu 500° memiliki komposisi fasa anastase yang paling besar, yaitu 78,05%. Suhu tersebut merupakan suhu maksimal dari fasa anastase. Pada suhu ini kemampuan *self cleaning* bekerja dengan baik. Hal ini dikarenakan fasa anastase memiliki efek fotokatalis yang tinggi.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Fernandes, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Pascasarjana Universitas Andalas
2. Kumalasari, M, dan Sunendar. 2013. *Penggunaan TiO<sub>2</sub> Partikel nano hasil Sintesis Berbasis Air Menggunakan Metode Sol-Gel pada Bahan Kapas sebagai Aplikasi untuk Tekstil Anti UV*. ITB: Teknik Fisika.
3. Septiana, Wilman. 2007. *Sintesa Nanokristal Mesopori TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel..* Teknik Fisika : ITB.
4. Fernandes, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Pascasarjana Universitas Andalas.
5. Kusumawardani, Cahyorini. 2009. Titanium Dioksida Terdoping Nitrogen : *Kajian tentang Sintesis, Karakterisasi, dan Aplikasinya*. Jurusan Pendidikan Kimia : Universitas Negeri Yogyakarta.
6. Listanti, A. 2018. *Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis menggunakan Metode Sol Gel*. JPSE (Journal of Physical Science and Engineering), Vol. 3, No. 1, 2018, Page 8 – 15.
7. Li Y, Guo Y, Liu Y. 2005. *Synthesis of High Purity TiO<sub>2</sub> Nanoparticles from Ti(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> in Presence of EDTA as Complexing Agent*. *China Particu*, 3(4): 240-242.
8. Zhu, Z., Liu, X., & Wu, P. 2009. Photocatalyst of TiO<sub>2</sub>/ZnO Nano Composite Film: Preparation, Characterization, and Photodegradation Activity Of Methyl Orange. *Surface and Coating Technology*, Vol. 204 No. 1, 205-214.
9. Woignier, T. 2016. *Glasses: Sol–Gel Methods*. Campus Agro Environnemental Caraïbes : France
10. Kaur and N. K. Verma. 2014. *CaCO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Based Dye Sensitized Solar Cell*.
11. Maharani, D.K, Pirim Setiarso, dan Wirma adiprahara anggraini.. 2019. *Synthesis and Characterization of Nano TiO<sub>2</sub> with Sol-Gel Method as Self-Cleaning Agent on Acrylic Paint*. Seminar Nasional Kimia. Atlantis Highlights in Chemistry and Pharmaceutical Sciences
12. R. Bensaha and H. Bensouy. 2012. *Synthesis, Characterization and Properties of Zirconium Oxide (ZrO<sub>2</sub>)-Doped Titanium Oxide (TiO<sub>2</sub>) Thin Films Obtained via Sol-Gel Process*. in Heat Treatment-Conventional and Novel Applications.
13. Kumalasari, M, dan Sunendar. 2013. *Penggunaan TiO<sub>2</sub> Partikel nano hasil Sintesis Berbasis Air Menggunakan Metode Sol-Gel pada Bahan Kapas sebagai Aplikasi untuk Tekstil Anti UV*. ITB: Teknik Fisika
14. Listanti, A. 2018. *Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis menggunakan Metode Sol Gel*. JPSE (Journal of Physical Science and Engineering), Vol. 3, No. 1, 2018, Page 8 – 15.
15. Chen, Dehong, Lu Cao, dan Fuzhi Huang. 2010. *Synthesis of Monodisperse Mesoporous Titania Beads with Controllable Diameter, High Surface Areas, and Variable Pore Diameters (14–23 nm)*. [Journal of the American Chemical Society](#) volume 132, issue 12 (2010)
16. Xu, Fei, Tao wang, dan Hong Yu Chen. 2017. *Preparation of Photocatalytic TiO<sub>2</sub>-Based Self Cleaning Coatings for painted Surface without Interlayer*. Department of Materials Science, State Key Laboratory of Molecular Engineering of Polymers, Advanced Coatings Research Center of Ministry of Education of China, Fudan University, Shanghai 200433, China.
17. Septiana, Wilman. 2007. *Sintesa Nanokristal Mesopori TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel..* Teknik Fisika : ITB.
18. Woo Joo, Sang. 2016. *Self Cleaning Acrylic Water-Based White Paint Modified eith Differnt types of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles*. *Pigment and Resin Technology*, Vol. 45 Iss pp.